

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2002-525679

(P2002-525679A)

(43) 公表日 平成14年8月13日 (2002.8.13)

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>

G02F 1/19

識別記号

PI

G02F 1/19

キーワード(参考)

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求(全 16 頁)

(21) 出願番号 特願2000-571308(P2000-571308)  
 (86) (22) 出願日 平成11年9月8日(1999.9.8)  
 (85) 翻訳文提出日 平成12年5月15日(2000.5.15)  
 (86) 国際出願番号 PCT/EP99/08665  
 (87) 国際公開番号 WO00/17706  
 (87) 国際公開日 平成12年3月30日(2000.3.30)  
 (31) 優先権主張番号 98203105.6  
 (32) 優先日 平成10年9月17日(1998.9.17)  
 (33) 優先権主張国 欧州特許庁 (EP)  
 (81) 指定国 EP(AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), JP

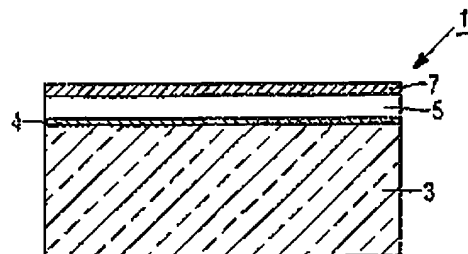
(71) 出願人 コーニンクレッカ フィリップス エレクトロニクス エヌ ヴィ  
 Koninklijke Philips Electronics N. V.  
 オランダ国 5621 ベーアー アインドーフェン フルーネヴァウツウェッハ 1  
 (72) 発明者 ビーター アー ドイン  
 オランダ国 5656 アーアー アインドーフェン プロフ ホルストラーン 6  
 (72) 発明者 ボール ヴァン デル スルイス  
 オランダ国 5656 アーアー アインドーフェン プロフ ホルストラーン 6  
 (74) 代理人 弁理士 杉村 晴秀 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光学スイッチングデバイス

## (57) 【要約】

透明基板 (3) と、ガドリニウムのような、3価金属の水素化を含んでおり、且つパラジウム層 (7) により覆われているスイッチング膜 (5) とを具えているスイッチングデバイス (1) が記載されている。前記透明基板 (3) とスイッチング膜 (5) との間に薄いマグネシウム層 (4) が挿入されている。水素の交換により、前記スイッチング膜は透明状態から非常に反射性状態へ可逆的に切り換えられ得る。同状態の間の変換は可逆的であり、且つこの現象は、例えば、照明装置において又は環境制御のために用いられ得る。



BEST AVAILABLE COPY

(2)

特表2002-525679

**【特許請求の範囲】**

【請求項1】 基板と、3価金属の水素化物を具えたスイッチング膜とを具えている光学スイッチングデバイスであって、前記水素化物は水素の交換によって、低水素で鏡状の構成と高水素で透明構成との間を可逆的に切り換えられ得る光学スイッチングデバイスにおいて、

薄いマグネシウム層が前記基板と前記スイッチング膜との間に配設されたことを特徴とする光学スイッチングデバイス。

【請求項2】 請求項1記載のデバイスにおいて、前記マグネシウム層の厚さが0.1と25nmとの間、好適には0.1と10nmとの間であることを特徴とする光学スイッチングデバイス。

【請求項3】 請求項1記載のデバイスにおいて、前記3価金属が、ガドリニウム、エルビウム、サマリウム、ルテチウム、イットリウム及びランタンから成る群から選択されることを特徴とする光学スイッチングデバイス。

【請求項4】 請求項1記載のデバイスにおいて、前記スイッチング膜が、パラジウム、白金、コバルト及びニッケルから成る群から選択された少なくとも一つの金属を具えている触媒的活性層を設けられていることを特徴とする光学スイッチングデバイス。

【請求項5】 請求項1記載のデバイスにおいて、前記スイッチング膜が20から1000nmまでの範囲内の厚さを有することを特徴とする光学スイッチングデバイス。

【請求項6】 請求項1記載のデバイスにおいて、前記スイッチング膜が3価金属と5～95at.%のマグネシウムとの合金の水素化物を具えていることを特徴とする光学スイッチングデバイス。

【請求項7】 請求項1～6のいずれか1項記載のスイッチングデバイスの、表示装置又は可変透過率を有する鏡として、又は照明器具、視覚制御ガラス、建築用ガラス又はサンルーフにおける使用。

(3)

特表2002-525679

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

本発明は、基板と、3価金属の水素化物を具えたスイッチング膜とを具えている光学スイッチングデバイスに関するものであり、その水素化物は水素の交換によって、低水素で鏡状の構成と高水素で透明構成との間を可逆的に切り換えられ得る。本発明は、そのようなスイッチングデバイスの使用にも附加的に関係している。

## 【0002】

本出願人により出願された特表平11- 514795号公報（国際特許出願WO 98/10329）に、ガドリニウム水素化物 $GdH_3$ のような、3価金属の水素化物の膜が、水素の交換により、低水素（ $x \leq 2$ ）構造と高水素（ $x \geq 2$ ）構造との間を、可逆的に切り換えられ得る、スイッチングデバイスが開示されている。両構造は異なる光学特性を有している。低水素含有量（ $x \leq 2$ ）においては、その膜は金属の鏡状、すなわち反射性特性を有し、且つ不透明である。高水素含有量（ $x \geq 2$ ）においては、その膜は半導電性で、透明且つ伝達において黄色である。低水素状態におけるスイッチング膜が水素に露出された場合、鏡状の状態が水素の豊富な透明状態へ変換される。その透明膜は加熱と水素の排気との双方又はいずれか一方により、鏡状の状態へ変換し戻されえる。このスイッチング動作は室温において実効され得る。前記の特許出願は3価金属とマグネシウムとの合金の水素化物の使用をも開示している。その合金内のマグネシウムの存在が、透明状態におけるスイッチング膜の透過率を増大し、且つ不透明状態における透過率を減少させ、そのスイッチング膜の透明状態と不透明状態との透過率の間の比である、コントラストの改善に帰着する。マグネシウムの附加がそのスイッチング膜を透明状態において無色にする。その上、鏡状の状態から透明状態へのスイッチング速度が増大される。

## 【0003】

(4)

特表2002-525679

90%を越える反射率を有する、アルミニウムのような金属反射器のレベルに匹敵する、レベルまで増大され得ることが望ましい。

**【0004】**

高水素状態における透過率に悪影響することなく、低水素状態における光学スイッチングデバイスの反射率を増大することが、本発明の目的である。

**【0005】**

この目的は、薄いマグネシウム層が前記基板と前記スイッチング膜との間に配設されたことを特徴とする、冒頭文節に特定された光学スイッチングデバイスにおいて達成される。驚くべきことに、基板とスイッチング膜との間への薄いマグネシウム層の挿入が、透明状態におけるそのデバイスの透過率を減少させることなく、そのスイッチング膜が反射状態にある場合にそのスイッチングデバイスの反射率を著しく増大することが見出された。例えば低水素状態（約 $\text{GdH}_2$ 構成）におけるガドリニウム水素化物膜を有するスイッチングデバイスにおいては、その反射率が約15%から約70%まで増大される。そのガドリニウム水素化物膜が高水素状態（約 $\text{GdH}_3$ 構成）にある場合には、そのデバイスの透過率はそのマグネシウム膜により事実上変えられない。

**【0006】**

薄いマグネシウム層はそのスイッチング膜の厚さの約0.001~0.1倍である厚さを有する層を意味するととられねばならない。優先的実施例では、マグネシウム層の厚さは0.1と25nmとの間である。0.1nm以下ではその効果が著しく小さいのに対して、25nm以上ではその効果はそれ以上改善されない。その上、より大きい厚さのマグネシウム膜は透明状態でのそのスイッチングデバイスの透過度を低減されさせるであろう。

**【0007】**

Gdは別として、他の3価の遷移金属及び希土類金属、及びこれらの金属の合金が、類似の現象を現す。これらの金属の中で、例えばエルビウム（Er）、サマリ

(5)

特表2002-525679

3価金属とマグネシウムとの上述の合金の代りに、3価金属とマグネシウムとの非常に薄い（1～2 nm）交互に並ぶ層の多層積層が、例えば50 Mg | Cd対の多層積層が用いられ得る。そのような多層はそれが光学状態間のスイッチング速度の増大へ導くと言う付加的な利点を有している。

#### 【0009】

このスイッチング膜のスイッチングは水素の交換により行われる。このスイッチング膜の透過率は水素含有量により支配され、水素含有量が増加するに従って透過率が増加する。分子水素ガスがこのスイッチング膜へ供給された場合に、透過率が水素圧が増加するに従って増加する。水素は原子Hへ分解されねばならない。その解離の速度はそのスイッチング膜の表面へ、例えば5 nmの厚さを有するパラジウムの薄い層を設けることにより増大され得る。前記の厚さにおいて、そのパラジウム層は断続する。その層厚さは決定的ではなく、2と25 nmとの間の範囲内にあるように選ばれる。しかしながら、パラジウム層の厚さがそのスイッチングデバイスの最大透過率を決めるので、2～10 nmの薄い層が好適である。それに加えて、そのパラジウム層は下にあるスイッチング膜を酸化に対して保護する。

#### 【0010】

パラジウムは別として、白金、ニッケル及びコバルト、又はこれらの金属の合金、又はニオブ-パラジウム二重層のような、水素解離を増進させる他の触媒的活性金属が、そのスイッチング膜上に設けられ得る。

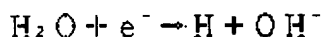
#### 【0011】

分子水素は、水素ガスシリンダーからそのスイッチング膜まで、室温において簡単な方法で通され得る。低水素、鏡状のスイッチング膜はそれで透明な水素の豊富な状態へ変化する。この変換は可逆的であり、その透明な膜は、加熱と水素の排気との双方又はいずれか一方により、鏡状の状態へ変換される。前記の可逆的変換は室温に近い温度において、又はもっと高い温度において行われ得る。切

(6)

特表2002-525679

原子水素は、次の反応



に従ってそのスイッチング膜における水の電解還元によるような、他の方法においても得ることができる。

【0013】

原子水素は水素プラズマから附加的に発生され得る。この場合においては、例えば、パラジウムの触媒的活性層は必要ない。原子水素は、本質的に知られた水素蓄積用の金属合金のような、他の金属水素化物からも発生され得る。

【0014】

本発明によるスイッチング膜は薄く、すなわちその膜厚さは $2\mu\text{m}$ より小さい。このスイッチング膜の膜厚さは好適には $100$ と $1000\text{nm}$ との間にわたる。水素はそのスイッチング膜内に拡散しなくてはならないので、その膜厚さがその鏡状の状態から透明状態への、またその逆の完全変換の速度を決定する。

【0015】

このスイッチングデバイスの層が上に設けられ得る基板は、ガラス、石英、ダイヤモンド、酸化アルミニウムあるいは（柔軟な）合成樹脂の箔のような、透明材料である。この基板は平らでもあるいは曲げられてもよい。

【0016】

その基板はITO又はATOのような透明な導電性の酸化物の薄い層を設けられ得る。そのような酸化物層が国際特許出願WO 98/08139に記載されたような、エレクトロクロミックデバイスにおける透明電極として働く。導電性酸化物層と本発明によるスイッチング膜との間の薄いマグネシウム層の使用が、そのスイッチング膜と導電性酸化物層との間の接着性を改善する付加的な利点を有する。接着の観点からそのマグネシウム層の厚さは好適には $0.1$ と $10\text{nm}$ の間である。

【0017】

(7)

特表2002-525679

## 【0018】

そのスイッチング膜は、真空蒸着、スパッタリング、レーザ溶着、化学的気相成長法又は電気めっきのような、慣習的な方法によってマグネシウム層上へ薄い層として貼付される。この点において、このスイッチング層の貼付中及び貼付後に、そのスイッチング膜の金属が酸化を受けないことが重要である。真空蒸着過程においては、これは特に、 $10^{-6} \sim 10^{-7}$  mbar以下の低レベルに、残留ガス水又は酸素の圧力を維持することにより達成される。3価金属を $10^{-2}$  mbarの圧力で水素と会わせることにより、スイッチング膜内の金属は低水素含有量を有する水素化物状態へ変換され得て、その膜は鏡状の外見を有し、且つ不透明である。更に水素圧を増加することにより、このスイッチング膜は透明になる。

## 【0019】

例えば、Pdの触媒的活性層、及びマグネシウム層もまた上述の方法のうちの一つによって貼付され得る。

## 【0020】

本発明によるスイッチングデバイスは反射性の不透明状態から透明状態へ、及びその逆に切り換えられ得るので、そのデバイスは多くの応用に用いられ得る。この光学的効果のおかげで、このスイッチングデバイスは可変ビーム分割器、光学シャッターとして、及び車のヘッドライトのような、照明装置における発光状態又は光ビームの形状を制御するために用いられ得る。そのスイッチング膜の膜厚さに従って、この膜が反射性状態においてほとんど零透過率を現し得る。このことが大きいコントラストを有するスイッチングデバイスが製造されることを可能にする。このスイッチングデバイスは、エレクトロクロミック層が現在用いられている、建築用ガラス、視覚制御ガラス、サンルーフ及びリヤビューミラーのような応用にも用いられ得る。反射性状態においては、可視光のみならず輻射熱すなわち赤外線光も反射されるので、そのようなスイッチングデバイスは環境制御のためにも用いられ得る。そのような窓は太陽エネルギー入力を調節でき、そ

(8)

特表2002-525679

得る。そのような表示装置の構造は、液晶層、配向層、リターデーション層及び分極フィルタの不存在によって、LCD（液晶表示装置）の構造より非常に簡単である。

#### 【0022】

反射性状態において零透過率が安全の理由のために許容できない場合にも、このスイッチング膜内のパターンが用いられ得る。例えばフォトリソグラフィ的にこのスイッチング膜をパターン化することにより、そのスイッチング膜により覆われていない基板の一定の部分を残す、繊細なパターンを得ることができる。かくして、この装置の偶然の水素漏洩がこのデバイスの零透過率へ導かないであろう。

#### 【0023】

本発明のこれらの局面が以下に記載される実施例及び添付の図面から明らかになり、且つ本発明のその他の局面が以下に記載される実施例及び添付の図面を参照して解明されるだろう。

#### 【0024】

##### 典型的な実施例 1

図1は、本発明によるスイッチングデバイス1の模型的な、断面図である。層の厚さは比例尺では画かれていない。磨かれた石英基板3が10 nm厚さのマグネシウム層4を設けられている。そのマグネシウム層4上に、スイッチング膜5として働く200 nm厚さのGd（ガドリニウム）膜が貼付されている。それらのマグネシウム層4とスイッチング膜5とは両方とも電子ビーム蒸着によって設けられる。蒸着装置内の残留圧力は $10^{-7}$  mbar ( $10^{-5}$  Pa) より低い。堆積速度は1.0 nm/sである。同じ装置内で10 nm厚さのパラジウム層7が0.2 nm/sの堆積速度で抵抗加熱によってスイッチング膜5上へ蒸着される。前記のスイッチング膜5は金属質の外観を有し、且つ不透明である。

#### 【0025】



(9)

特表2002-525679

れる。排気の後、その圧力セルは5 bar( $5 \times 10^5$  Pa)の圧力まで分子水素により室温で満たされる。パラジウム層7がそのスイッチング膜5内に実質的に吸収される原子Hを形成する。数秒以内にその資料は600 nmにおいて15%の透過率を有する透明になる。かくして形成されたその層は、高水素含有量によるGdの水素化物 $GdH_x$  ( $x \geq 2$ 、構成はほぼ $GdH_2$ )を具えている。

【0026】

次に、その圧力セルは $10^{-2}$  mbar (1 Pa) まで排気される。数秒以内に、透過率は15%から約0.1%まで減少する。この状態において、このスイッチング膜は反射性であり、且つ低水素含有量によるGdの水素化物 $GdH_x$  ( $x \leq 2$ 、構成はほぼ $GdH_2$ )を具えている。

【0027】

非常に低い透過率を有する反射性スイッチング膜5が、水素に対する更新される暴露により15%の透過率を有する透明膜に変換される。双方の構成の間の変換は可逆的であり、光学スイッチング膜は水素の供給又は排出により得られる。

【0028】

図2はそれらのデバイスが低水素反射性状態にある場合に、400と1000 nmとの間の波長 $\lambda$ における、このデバイスと他のデバイスとのアルミニウムに対する%での反射率Rを示している。曲線Aは10 nmの厚さを有するマグネシウム層4を有するデバイスの反射率を示している。

【0029】

同じ図において、曲線Bは15 nmの厚さを有するマグネシウム層4を有する類似のデバイスの反射率Rを示している。曲線Cは20 nmの厚さを有するマグネシウム層4を有する類似のデバイスの反射率を示している。

【0030】

比較のために(本発明によらない)、破線の曲線Dはマグネシウム層4が存在しない類似のデバイスの反射率Rを示している。この図はマグネシウム層4の附

(10)

特表2002-525679

る場合に、400 nmと1000 nmとの間の波長 $\lambda$ において示されている。曲線A、B、C及びDを現すこれらの装置は図2の装置と対応している。一致する曲線A及びBは、それぞれ10 nmと15 nmとのマグネシウム層4を有するデバイスの透過率を示している。曲線Cは20 nmのマグネシウム層4を有するデバイスの透過率を示している。比較のために（本発明によらない）、破線曲線Dはマグネシウム層4が存在しない類似のデバイスの透過率を示している。この図はマグネシウム層4の附加がそのデバイスの透過率に悪影響しないことを示している。しかしながら、図2に示したように、そのデバイスの反射率Rはそのマグネシウム層4により著しく高められる。

#### 【0032】

図3はそれらのデバイスが低水素反射性状態にある場合のそれらのデバイスの透過率Tをも示している。曲線Eは10～20 nm厚さのマグネシウム層4を有するデバイスの透過率を示している。破線曲線Fはマグネシウム層4が存在しない場合のそのデバイスの透過率を示している。そのマグネシウム層4の存在がそのデバイスのコントラスト、すなわち高-水素透明状態と低-水素反射性状態における透過性の間の比率の増大を起させる。

#### 【0033】

#### 典型的な実施例2

実施例1は30 at.%Cdと70 at.%Mgとを含んでいるスイッチング膜5、及び10 nmの厚さを有するマグネシウム層4を反復される。図4における曲線Aは、そのデバイスが高-水素反射性状態にある場合に、（nmでの）波長 $\lambda$ の関数としてアルミニウムに対する%で反射率Rを示している。曲線Aはそのデバイスが、アルミニウム反射鏡に対して、匹敵し、ある波長領域においては凌駕さえすることを示している。比較のために（本発明によらない）、破線曲線Bがそのマグネシウム層4が存在しない類似のデバイスの反射率を示している。そのマグネシウム層4の存在による反射率Rの増強が非常に明らかである。

(11)

特表2002-525679

は、水素の交換により、非常に反射性で、不透明状態から透明状態へ、可逆的に変換され得る。反射率はアルミニウム反射器の反射率と匹敵して作られ得る。そのようなスイッチングデバイスは、特に、リヤビューミラー、サンルーフ、建築用ガラス、視覚制御ガラス、照明装置及び表示装置における、光学スイッチング素子として用いられ得る。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【図 1】

本発明による光学スイッチングデバイスの模型的な断面図である。

#### 【図 2】

ガドリニウムの水素化物のスイッチング膜とそのスイッチング膜が反射性状態にある場合に種々の厚さを有するマグネシウム層とを有するスイッチングデバイスの（nmでの）波長  $S$  の関数として（アルミニウムに対する％での）反射率  $R$  を示している。

#### 【図 3】

スイッチング膜が反射状態にある場合、及びスイッチング膜が透明状態にある場合の、ガドリニウムの水素化物のスイッチング膜と、種々の厚さを有するマグネシウム層とを有するスイッチングデバイスの（nmでの）波長  $S$  の関数として（％での）透過率  $T$  を示している。

#### 【図 4】

スイッチング膜が反射性状態にある場合の、 $Gd_{0.3}Mg_{0.7}$  の水素化物のスイッチング膜と、前記種々の厚さを有するマグネシウム層とを有するスイッチングデバイスの、（nmでの）波長  $S$  の関数としてマグネシウム層有り（曲線A）及び無し（曲線B）の、（アルミニウムに対する％での）反射率  $R$  を示している。

(12)

特表2002-525679

【図1】

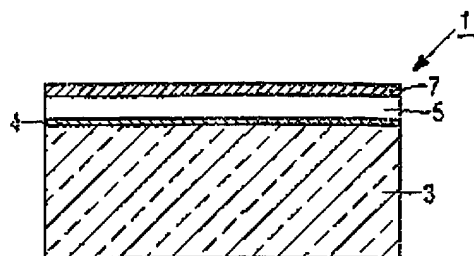


FIG. 1

【図2】

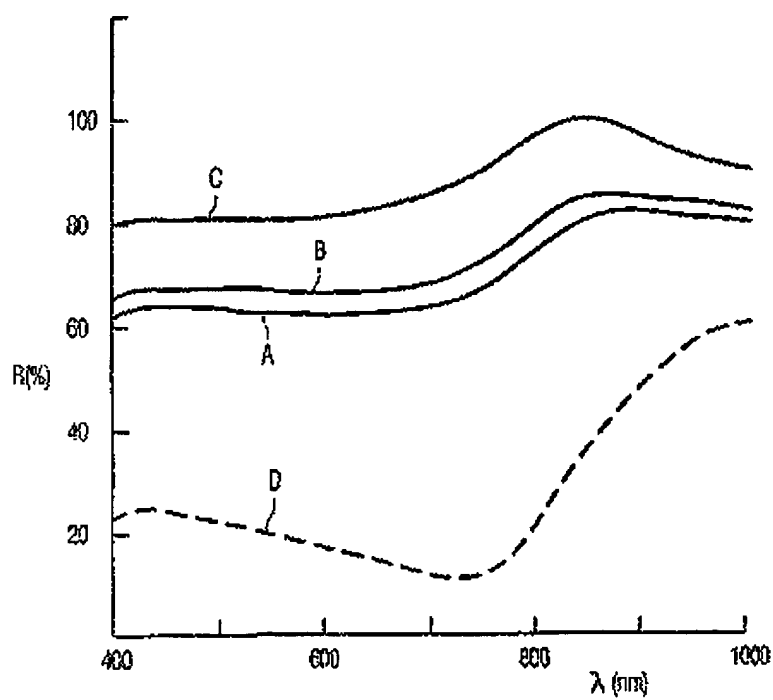
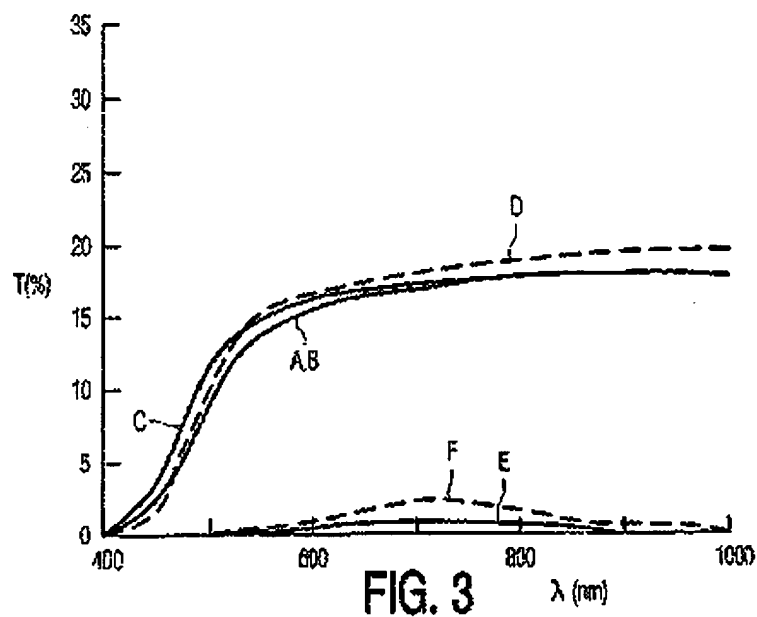


FIG. 2

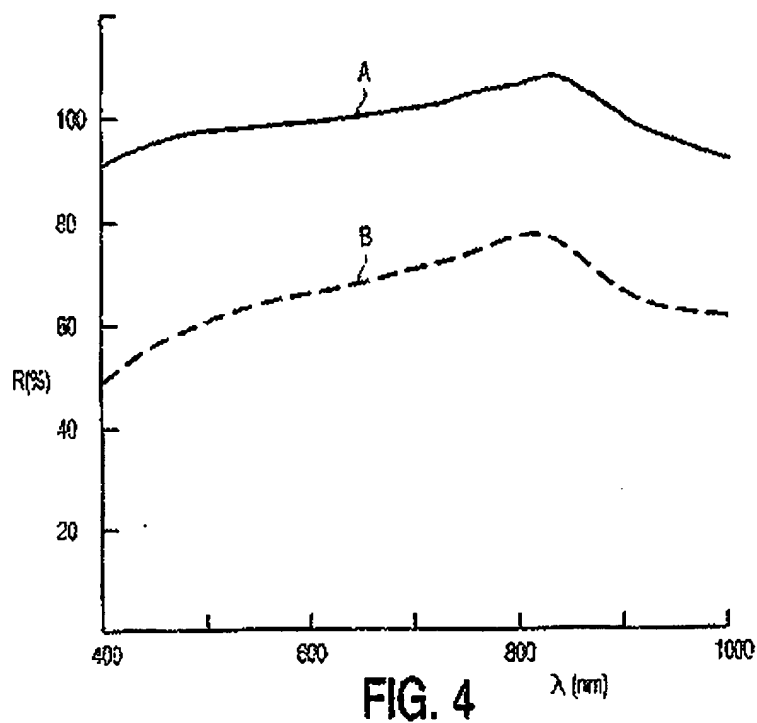
(13)

特表2002-525679

【図 3】



【図 4】



(14)

特表2002-525679

## 【国際調査報告】

| INTERNATIONAL SEARCH REPORT  |   | International Application No.<br>PCT/EP 99/06665                 |
|--|---|--|
| A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER<br>IPC 7 602F1/19  |   |  |
| According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC  |   |  |
| B. FIELDS SEARCHED<br>Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)<br>IPC 7 602F  |   |  |
| Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched  |   |  |
| Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)   |   |  |
| C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT   |   |  |
| Category *   | Citation of documents, with indication, where appropriate, of the relevant passages   | Relevance to claim No.   |
| X  | NO 98 10329 A (PHILIPS ELECTRONICS NV<br>; PHILIPS NORDEN AB (SE))<br>12 March 1998 (1998-03-12)<br>cited in the application<br>page 3, line 11 - line 14   | 1,3-5,7  |
| P,X  | SLUIS VAN DER P: "OPTICAL SWITCHES OF<br>GADOLINIUM-MAGNESIUM MULTILAYERS"<br>APPLIED PHYSICS LETTERS, US, AMERICAN<br>INSTITUTE OF PHYSICS, NEW YORK,<br>vol. 73, no. 13, page 1826-1828<br>XP000784169<br>ISSN: 0003-6951<br>* the whole document * | 1,3-7  |
| A  | idem  | 2  |
| <input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.   |   |  |
| * Special categorization of cited documents:<br>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance<br>"E" earlier document but published on or after the international filing date<br>"L" document which may have priority claims or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (see specification)<br>"O" document extending to an oral disclosure, use, exhibition or other means<br>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date obtained<br>"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to underline the principle of the underlying invention<br>"X" document of particular relevance the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone<br>"Y" document of particular relevance the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other cited documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.<br>"C" document member of the same patent family |   |  |
| Date of the actual completion of the international search<br>8 December 1999   |   | Date of mailing of the international search report<br>16/12/1999 |
| Name and mailing address of the ISA<br>European Patent Office, P.B. 5616 Fatermannstr.<br>NL - 2280 HV Rijswijk<br>Tel. (+31-70) 340-3510, Tx. 31 651 600 n1<br>Fax: (+31-70) 240-3016   |   | Authorized officer<br>Gill, R                                    |

Form PCT/ISA/210 (March 2004) July 1997

(15)

特表2002-525679

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

Inter. Appl. No.

PCT/EP 99/06665

| Patent document<br>cited in search report | Publication<br>date | Patent family<br>member(s) | Publication<br>date |
|---|---------------------|----------------------------|---------------------|
| WO 9810329 A                              | 12-03-1998          | EP 0871926 A               | 21-10-1998          |
|   |                     | US 5905590 A               | 18-05-1999          |

Form PCT/ISA/210 (patent family members) (July 1999)

(15)

特表2002-525679

---

フロントページの続き

(71)出願人 Groenewoudseweg 1,  
5621 BA Eindhoven. Th  
e Netherlands



**\* NOTICES \***

**JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**CLAIMS**

---

[Claim(s)]

[Claim 1] In the optical switching device to which it is an optical switching device equipped with a substrate and the switching film equipped with the hydride of trivalent metal, and said hydride may be reversibly switched by exchange of hydrogen in between transparence configurations from mirror-like a configuration and high hydrogen by low hydrogen Optical switching device characterized by arranging a thin magnesium layer between said substrates and said switching film.

[Claim 2] It is the optical switching device with which thickness of said magnesium layer is characterized by being for 0.1 and 10nm suitably for 0.1 and 25nm in a device according to claim 1.

[Claim 3] The optical switching device characterized by choosing said trivalent metal from the group which consists of a gadolinium, an erbium, samarium, a lutetium, an yttrium, and a lanthanum in a device according to claim 1.

[Claim 4] The optical switching device characterized by preparing the catalyst-barrier layer which said switching film equips with at least one metal chosen from the group which consists of palladium, platinum, cobalt, and nickel in a device according to claim 1.

[Claim 5] The optical switching device characterized by said switching film having the thickness of within the limits to 20 to 1000nm in a device according to claim 1.

[Claim 6] The optical switching device characterized by equipping said switching film with the hydride of the alloy of trivalent metal and the magnesium of 5 - 95 at.% in a device according to claim 1.

[Claim 7] Use [ in / as a mirror which has the display or adjustable permeability of a switching device given in any 1 term of claim 1-6 / lighting fitting, vision control glass, structural glass, or a sunroof ].

---

[Translation done.]

**\* NOTICES \***

**JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DETAILED DESCRIPTION**

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

The hydride may be reversibly switched by exchange of hydrogen in between transparence configurations from mirror-like a configuration and high hydrogen by low hydrogen about the optical switching device with which this invention is equipped with a substrate and the switching film equipped with the hydride of trivalent metal. This invention is related also to use of such a switching device in addition.

[0002]

To the Patent Publication Heisei 11-No. 514795 official report (international

patent application WO 98/10329) for which these people applied, film of the hydride of trivalent metal like the gadolinium hydride  $GdH_x$  is low hydrogen (the switching device which may be switched reversibly is indicated in between  $x < 2$  structure and high hydrogen ( $x > 2$ ) structures.) by exchange of hydrogen. Both structures have a different optical property. In a low hydrogen content ( $x < 2$ ), the film has and, metaled the shape of a mirror, i.e., reflexivity property, is opaque. In a high hydrogen content ( $x > 2$ ), the film is half-conductivity and is yellow in transparence and transfer. A mirror-like condition is changed into the abundant transparence conditions of hydrogen when the switching film in a low hydrogen condition is exposed to hydrogen. The transparent membrane can be returned to a mirror-like condition by the both sides or either of heating and exhaust air of hydrogen. Efficiency of this switching operation may be carried out in a room temperature. The aforementioned patent application is also indicating use of the hydride of the alloy of trivalent metal and magnesium. Existence of the magnesium in the alloy increases the transmission of the switching film in a transparence condition, and decreases the transmission in an opaque condition, and results in the improvement of contrast which is a ratio between the transmission of the transparence condition of the switching film, and an opaque condition. Addition of magnesium makes the switching film colorlessness in a transparence condition. Moreover, the switching rate from a condition to a mirror-like transparence condition increases.

[0003]

The reflection factor of the  $GdH_x$  switching film in a mirror-like condition (low hydrogen) is about 15 - 20% in a visible wavelength field. ( $Gd_{0.3}Mg_{0.7}$ ) The reflection factor of  $H_x$  switching film is about 50 - 70% in the same condition. It is desirable that it may increase to the same application to the level in which a reflection factor rivals the level of a metallic reflection machine like aluminum which has a reflection factor exceeding 90% suitably.

[0004]

It is the purpose of this invention to increase the reflection factor of the optical

switching device in a low hydrogen condition, without carrying out a bad influence to the transmission in a high hydrogen condition.

[0005]

This purpose is attained in the optical switching device which is characterized by arranging a thin magnesium layer between said substrates and said switching film and which was specified as the beginning clause. Without insertion of the thin magnesium layer of a between [ a substrate and switching film ] decreasing the transmission of the device in a transparence condition to a surprising thing, when the switching film was in a reflective condition, increasing the reflection factor of the switching device remarkably was found out. For example, in the switching device which has the gadolinium hydride film in a low hydrogen condition (about  $GdH_2$  configuration), the reflection factor increases from about 15% to about 70%. When the gadolinium hydride film is in a high hydrogen condition (about  $GdH_3$  configuration), the permeability of the device is not changed as a matter of fact with the magnesium film.

[0006]

A thin magnesium layer's semantics of the layer which has the thickness which is about 0.001 to 0.1 times the thickness of the switching film must take it. In the preferential example, the thickness of a magnesium layer is for 0.1 and 25nm. By 25nm or more, the effectiveness does not improve any more to a thing with it. [ the remarkable effectiveness and ] [ small in 0.1nm or less ] The magnesium film of moreover more large thickness has the transmittance of the switching device in a transparence condition reduced, and will be carried out.

[0007]

As Gd being another, the alloy of other trivalent transition metals, rare earth metals, and these metals expresses a similar phenomenon. In these metals, they are an erbium (Er), samarium (Sm), a lutetium (Lu), an yttrium (Y), and a lanthanum (La).

[0008]

Instead of the above-mentioned alloy of trivalent metal and magnesium, the

multilayer laminating of 50 Mg|Gd [ for example, ] pairs [ laminating / of the layer located in a line by turns / very thin (1-2nm) / of trivalent metal and magnesium / multilayer ] may be used. It has the additional advantage referred to as that it leads such a multilayer to increase of the switching rate between optical conditions.

[0009]

Switching of this switching film is performed by exchange of hydrogen. The permeability of this switching film is governed by the hydrogen content, and permeability increases it as a hydrogen content increases. When molecule hydrogen gas is supplied to this switching film, permeability increases as hydrogen pressure increases. Hydrogen must be decomposed to Atom H. The rate of the dissociation may increase by preparing the film of palladium which has the thickness of 5nm in the front face of the switching film. In the aforementioned thickness, the palladium layer is intermittent. The layer thickness is not decisive, and as it is within the limits of between 2 and 25nm, it is chosen. However, since the thickness of a palladium layer determines the maximum permeability of the switching device, a 2-10nm film is suitable. In addition to it, the palladium layer protects the switching film which is downward to oxidation.

[0010]

Other catalyst-active metals which promote hydrogen dissociation like platinum, nickel and cobalt, the alloy of these metals, or a niobium-palladium double layer except for palladium may be prepared on the switching film.

[0011]

In a room temperature, it may let molecule hydrogen pass from a hydrogen gas cylinder by the easy approach even to the switching film. The switching film of the shape of low hydrogen and a mirror changes to the abundant conditions of transparent hydrogen by it. This conversion is reversible and that transparent film is changed into a mirror-like condition by the both sides or either of heating and exhaust air of hydrogen. The aforementioned reversible conversion may be performed in higher temperature in the temperature near a room temperature. A

switch may be performed also by setting in a hydrogen ambient atmosphere, and heating or cooling the switching film.

[0012]

Atomic hydrogen is the next reaction. According to  $\text{H}_2\text{O} + \text{e}^- \rightarrow \text{H} + \text{OH}^-$ , it can obtain also in other approaches so that according to the electrolytic reduction of the water in the switching film.

[0013]

Atomic hydrogen may be generated in addition from the hydrogen plasma. In this case, for example, the catalyst-barrier layer of palladium is unnecessary. Atomic hydrogen may be generated from other metal hydrides like the essentially known metal alloy for hydrogen are recording.

[0014]

The switching film by this invention is thin, namely, the film thickness of that is smaller than 2 micrometers. It goes over the film thickness of this switching film between 100 and 1000nm suitably. Since hydrogen must be diffused in the switching film, the film thickness determines the rate of the transference condition of the shape of the mirror, and its reverse full conversion from a condition.

[0015]

The substrate with which the layer of this switching device may be prepared upwards is a transparent material like the foil of glass, a quartz, a diamond, an aluminum oxide, or (it is flexible) synthetic resin. This substrate may be bent even if even.

[0016]

The substrate can prepare the film of a transparent conductive oxide like ITO or ATO. It works as a transparent electrode in an electrochromic device with which such an oxide layer was indicated by international patent application WO 98/08139. Use of the thin magnesium layer between a conductive oxide layer and the switching film by this invention has the additional advantage which improves the adhesive property between the switching film and conductive oxide

layer. The thickness of the viewpoint of adhesion to the magnesium layer is for 0.1 and 10nm suitably.

[0017]

The suitable example of the device by this invention is characterized by having the hydride of the alloy of trivalent metal and the magnesium of 5 - 95 at.% for the reason the switching film was mentioned above.

[0018]

The switching film is stuck as a film on a magnesium layer by customary approach like vacuum deposition, sputtering, laser from \*\*, a chemical \*\*\*\* grown method, or electroplating. In this point, it is important that the metal of that switching film does not receive oxidation during pasting of this switching layer and after pasting. In a vacuum deposition process, especially this is attained by maintaining the pressure of residual-gas water or oxygen to the low of  $10^{-6}$  to ten to seven or less mbars. By making trivalent metal meet hydrogen by the pressure of 10-2mbar, the metal in the switching film may be changed into the hydride condition of having a low hydrogen content, and the film has mirror-like appearance and is opaque. Furthermore, by increasing hydrogen pressure, this switching film becomes transparenence.

[0019]

For example, the catalyst-barrier layer and magnesium layer of Pd may also be stuck by one of above-mentioned approaches.

[0020]

Since the switching device by this invention may be switched to a transparenence condition and its reverse from a reflexible opaque condition, the device may be used for many application. By the favor of this optical effectiveness, this switching device may be used in order to control a luminescence condition in a lighting system like the headlight of the vehicle as an adjustable beam splitter and an optical shutter, or the configuration of a light beam. According to the film thickness of that switching film, this film can almost express zero permeability in a reflexivity condition. It makes it possible to manufacture the switching device

with which this has large contrast. This switching device may be used also for application like the structural glass and vision control glass with which the electrochromic layer is used now, a sunroof, and a rear view mirror. In a reflexivity condition, since it is reflected, not only the light but radiant heat, i.e., infrared light, such a switching device may be used also for environmental control. Such an aperture can adjust a solar energy input and, thereby, reduces the energy expenditure by the air conditioner.

[0021]

A thin display may be manufactured by making a pattern in the switching film. The structure of such an indicating equipment is very easier than the structure of LCD (liquid crystal display) by un-existing [ of a liquid crystal layer, an orientation layer, a retardation layer, and a polarization filter ].

[0022]

Also when zero transmission cannot approve in a reflexivity condition because of the reason of insurance, the pattern in this switching film may be used. For example, by patternizing this switching film in photolithography, the delicate pattern which leaves the fixed part of the substrate which is not covered with that switching film can be obtained. In this way, accidental hydrogen leakage of this equipment will not lead to the zero permeability of this device.

[0023]

It will be solved with reference to the example with which these aspects of affairs of this invention become clear from the example indicated below and an attached drawing, and the aspect of affairs of others of this invention is indicated to be below, and an attached drawing.

[0024]

Typical example 1 Drawing 1 is the sectional view like a model of the switching device 1 by this invention. The thickness of a layer is not drawn by the scale. The magnesium layer 4 of 10nm thickness is formed in the polished quartz substrate 3. On the magnesium layer 4, Gd (gadolinium) film of 200nm thickness which works as switching film 5 is stuck. Both those magnesium layers 4 and switching



film 5 are prepared by electron beam evaporation. The residual pressure in vacuum evaporation equipment is lower than  $10^{-7}$  mbar (ten to 5 Pa). The rate of sedimentation is 1.0 nm/s. The palladium layer 7 of 10 nm thickness is vapor-deposited by resistance heating on the switching film 5 by the rate of sedimentation of 0.2 nm/s within the same equipment. The aforementioned switching film 5 has the appearance of the quality of a metal and is opaque.

[0025]

The opaque sample device 1 is arranged in the pressure cell which was able to prepare two apertures of quartz glass. The aforementioned pressure cell is equipped also with the connection section for connecting it for supply of hydrogen to a vacuum pump. The aforementioned pressure cell is arranged in the data interior of a room of a spectrophotometer. After exhaust air, the pressure cell is filled with a room temperature by molecule hydrogen to the pressure of 5 bars ( $5 \times 10^5$  Pa). The palladium layer 7 forms the atom H absorbed substantially in the switching film 5. The data becomes the transparence which has 15% of permeability in 600 nm within several seconds. The layer formed in this way is equipped with the hydride  $GdH_x$  of Gd by the high hydrogen content ( $2 < x < 3$ ) a configuration about  $GdH_3$ ).

[0026]

Next, the pressure cell is exhausted to  $10^{-2}$  mbar (1 Pa). Within several seconds, permeability decreases from 15% to about 0.1%. In this condition, this switching film is reflexivity and is equipped with the hydride  $GdH_x$  of Gd by the low hydrogen content ( $2 > x > 1$ ) a configuration about  $GdH_2$ ).

[0027]

The reflexivity switching film 5 which has very low transmission is changed into the transparent membrane which has 15% of transmission by exposure to hydrogen updated. The conversion between both configurations is reversible and the optical switching film is obtained by supply or discharge of hydrogen.

[0028]

drawing 2 -- those devices -- low hydrogen reflection -- description -- when it is in

voice, the reflection factor R in % to the aluminum of this device and other devices in the wavelength S between 400 and 1000nm is shown. Curve A shows the reflection factor of the device which has the magnesium layer 4 which has the thickness of 10nm.

[0029]

In the same Fig., Curve B shows the reflection factor R of the similar device which has the magnesium layer 4 which has the thickness of 15nm. Curve C shows the reflection factor of the similar device which has the magnesium layer 4 which has the thickness of 20nm.

[0030]

The curve D of (it is not based on this invention) and a broken line shows the reflection factor R of the similar device with which the magnesium layer 4 does not exist for the comparison. This drawing shows that addition of the magnesium layer 4 increases a reflection factor R from about 60% to [ from about 15% ] 80%.

[0031]

In drawing 3 , when an above-mentioned device has transmission (at %) T in a high hydrogen transparence condition, the wavelength S between 400nm and 1000nm is shown. These equipments showing Curves A, B, C, and D correspond with the equipment of drawing 2 . The curves A and B in agreement show the permeability of the device which has the magnesium layer (10nm and 15nm) 4, respectively. Curve C shows the permeability of the device which has the 20nm magnesium layer 4. (It not being based on this invention) and the broken-line curve D show the permeability of the similar device with which the magnesium layer 4 does not exist for the comparison. It is shown that addition of the magnesium layer 4 does not carry out the bad influence of this drawing to the permeability of that device. However, as shown in drawing 2 , the reflection factor R of the device is remarkably raised by the magnesium layer 4.

[0032]

Drawing 3 shows the permeability T of those devices in case those devices are in a low hydrogen reflexivity condition. Curve E shows the permeability of the

device which has the magnesium layer 4 of 10-20nm thickness. The broken-line curve F shows the permeability of the device in case the magnesium layer 4 does not exist. Existence of the magnesium layer 4 makes increase of the ratio between the permeability in the contrast of the device, i.e., a quantity-hydrogen transperence condition, and a low-hydrogen reflexivity condition cause.

[0033]

Typical example 2 An example 1 has the switching film 5 containing 30at.%Gd and 70at(s).%Mg, and the magnesium layer 4 which has the thickness of 10nm repeated. The curve A in drawing 4 shows the reflection factor R by % to aluminum as a function of wavelength (with nm) S, when the device is in a quantity-hydrogen reflexivity condition. To the aluminum reflecting mirror, the device matches and, as for Curve A, shows that even excellence is carried out in a certain wavelength field. (It not being based on this invention) and the broken-line curve B show the reflection factor of the similar device with which the magnesium layer 4 does not exist for the comparison. Enhancement of the reflection factor R by existence of the magnesium layer 4 is very clear.

[0034]

By exchange of hydrogen, the optical switching device equipped with the thin magnesium layer between the switching film of the hydride of trivalent metal, and a substrate and its switching film concerning this invention is very reflexivity, and may be reversibly changed into a transperence condition from an opaque condition. A reflection factor is equal to the reflection factor of an aluminum reflector, and may be made. Such a switching device especially may be used as an optical switching element in a rear view mirror, a sunroof, structural glass, vision control glass, a lighting system, and an indicating equipment.

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1]

It is the sectional view like a model of the optical switching device by this invention.

[Drawing 2]

When the switching film and its switching film of a hydride of a gadolinium are in a reflexivity condition, the reflection factor R is shown as a function of the wavelength (with nm) S of the switching device which has the magnesium layer which has various thickness (with % to aluminum).

[Drawing 3]

When the switching film is in a reflective condition, permeability T is shown as a function of the wavelength (with nm) S of the switching device which has the switching film of the hydride of a gadolinium in case the switching film is in a transporence condition, and the magnesium layer which has various thickness (at %).

[Drawing 4]

Those with a magnesium layer (curve A) and the reflection factor [ being nothing (curve B) ] (with % to aluminum) R are shown as a function of wavelength (with nm) S of the switching device which has the switching film of the hydride of  $Gd_{0.3}Mg_{0.7}$  in case the switching film is in a reflexivity condition, and the magnesium layer which has said various thickness.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

**JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.**

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

**DRAWINGS**

---

[Drawing 1]

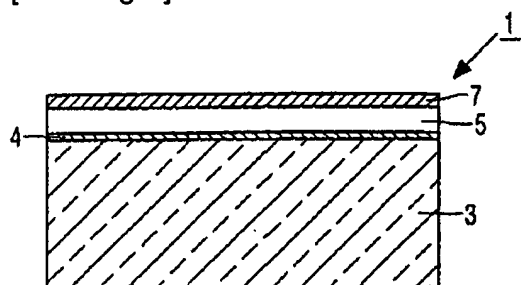


FIG. 1

[Drawing 2]

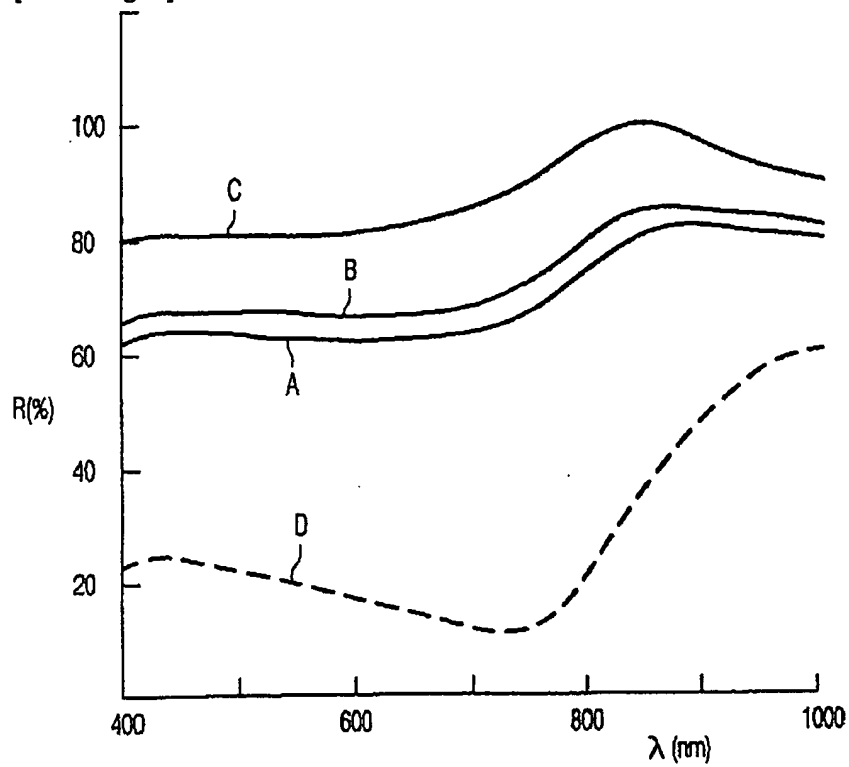
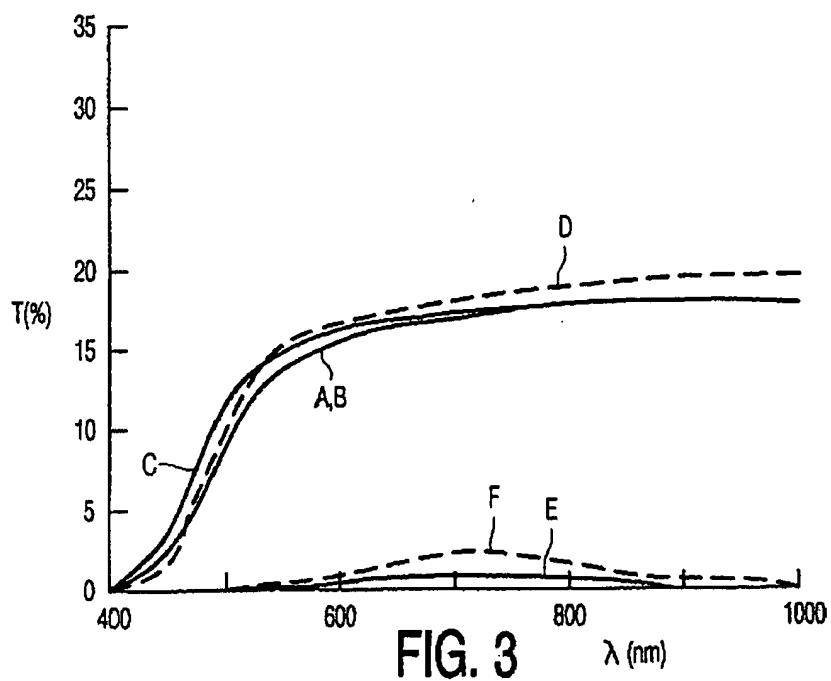
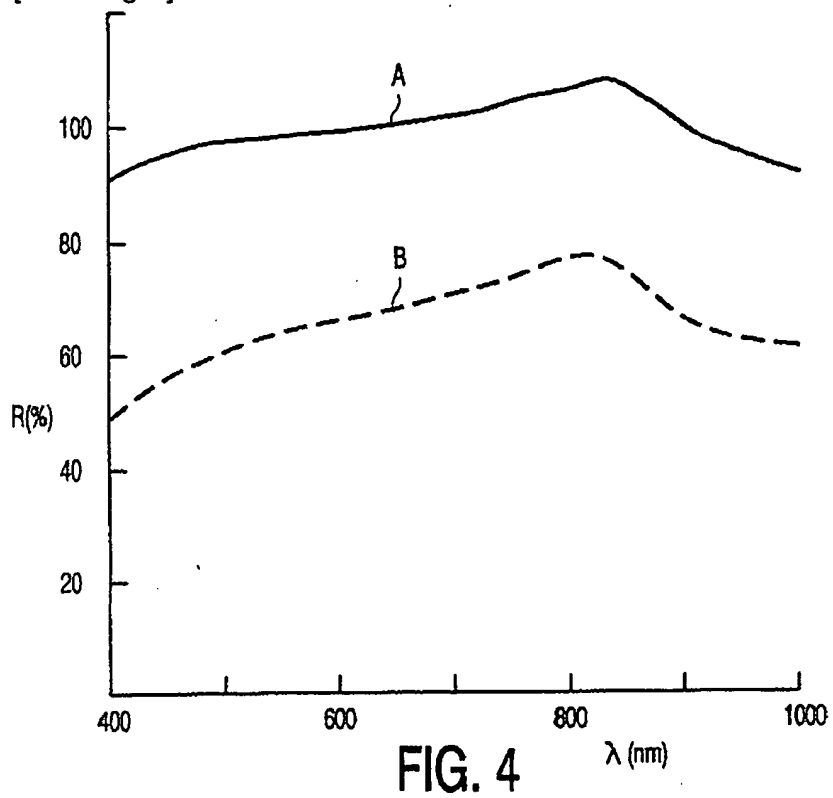


FIG. 2

[Drawing 3]



[Drawing 4]



[Translation done.]

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**